

SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-3359-1994



Asam sulfamat teknis



ASAM SULFAMAT TEKNIS

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat penandaan dan cara pengemasan asam sulfamat teknis

2. DEFINISI

Asam sulfamat adalah asam Kering yang berwujud hablur putih ortorombik, titik lebur 205°C , densitas $2,126\text{ g/cm}^3$ (25°C), tidak mudah menguap, tidak berbau, mudah larut dalam air sedikit larut dalam pelarut organik dan rumus kimianya HOSO_2NH_2 .

3. SYARAT MUTU

Syarat mutu asam sulfamat teknis adalah seperti pada tabel di bawah ini

T a b e l
Syarat Mutu Asam Sulfamat

No	U r a i a n	Satuan	Persyaratan
1.	Kadar asam sulfamat	% b/b	min 99,5
2.	Sulfat (SO_4)	% b/b	maks 0,050
3.	Logam berat (Pb)	% b/b	maks 0,001
4.	B e s i (Fe)	% b/b	maks 0,0005
5.	Klorida	% b/b	maks 0,001
6.	Sisa Pijar	% b/b	maks 0,010
7.	Bagian tidak larut dalam air	% b/b	maks 0,010

4. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI. 0428-89-p yaitu petunjuk pengambilan contoh padatan.

5. CARA UJI

5.1. Kadar Asam Sulfamat Teknis

5.1.1. Prinsip

Asam sulfamat yang terdapat dalam contoh dititar dengan larutan NaOH dan menggunakan indikator brom timol biru.

5.1.2. Bahan

- Larutan NaOH 0,5 N
- Indikator brom timol biru 0,1 %

5.1.3. Peralatan

- Neraca analitis
- Erlenmeyer 250 ml
- Pipet 20 ml
- Buret 50 ml
- Statif dan klem
- Labu ukur 100 ml

5.1.4. Prosedur

- Timbang secara teliti dengan menggunakan neraca analitis lebih kurang 10 gram contoh dan masukkan ke dalam labu ukur
- Tambahkan aquades hingga 100 ml lalu aduk
- Pipet 20 ml larutan dan masukkan ke erlenmeyer
- Tambahkan 2 - 3 tetes indikator brom timol biru
- Titar dengan larutan NaOH 0,5 N

5.1.5. Perhitungan

$$\% \text{HOSO}_2\text{NH}_2 = \frac{48,545 \times V \times N}{S} \times 100 \%$$

V = ml Volum NaOH

N = normalitas NaOH

S = gram contoh

5.2. Sulfat (SO_4)

- Uapkan larutan NH_4OH (2:3) di atas penangas air hingga tinggal setengah kuantitasnya dari kebutuhan di atas.
- Masukkan 0,5 gram contoh lalu dinginkan hingga di bawah 15°C dan pertahankan seperti perlakuan diatas
- Netralkan perlahan dengan larutan NH_4OH (2:3)
- Tambahkan 5 ml larutan standar sulfat (0,05 mg SO_4/ml)
- Tambahkan 0,3 ml larutan HCl (2 : 1)
- Encerkan dengan aquades hingga 25 ml
- Tambahkan 3 ml alkohol 95 % (v/v)
- Tambahkan 2 ml BaCl_2 10 % (b/v) sambil diaduk dengan kecepatan konstan selama 1 menit
- Diamkan hingga 1 jam

Hasil perbandingan contoh tidak lebih keruh dari standar.

5.3. Logam Berat (Pb)

5.3.1. Prinsip

Penentuan kadar logam berat sebagai timbal dilakukan dengan cara turbidimetri, yaitu perbandingan kekeruhan contoh dengan kekeruhan standar.

5.3.2 Bahan

- Larutan H_2SO_4 pekat
- Larutan HCl (2 : 1)
Campurkan 20 ml HCl pekat dengan 10 ml aquades
- Larutan CH_3COONa 20 % (b/v)
Larutkan 10 gram CH_3COONa dengan aquades hingga 50 ml
- Larutan jenuh H_2S
Dalam pesawat Kipp's diletakkan sejumlah Na_2S kemudian dialiri H_2SO_4 , gas H_2S yang terbentuk dialiri ke dalam wadah yang berisi aquades 100 ml sampai timbul bau H_2S (berarti larutan sudah jernih dengan H_2S), hentikan aliran gas H_2S pada pesawat Kipp's.
- Larutkan standar Pb (0,01 mg Pb/ml)
Larutkan 160,8 mg $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam 10 ml HNO_3 10 % (v/v), encerkan dengan aquades hingga 100 ml. Pipet 10 ml larutan dan encerkan dengan aquades hingga 1000 ml. Larutan ini harus dibuat segar.

5.3.3 Peralatan

- Neraca analitis
- Cawan pijar
- Cawan penguap
- Pemanas listrik (Hot plate)
- Labu ukur 50 ml, 100 ml, 1000 ml
- Gelas beaker 100 ml
- Pipet
- Tabung Nessler
- Batang pengaduk

5.3.4 Prosedur

- Timbang secara teliti dengan menggunakan neraca analitis 20 gram contoh dan masukkan ke dalam cawan pijar
- Tambahkan 1 ml H_2SO_4 pekat lalu panaskan perlahan sampai asap putih habis
- Sisa pemijaran yang tertinggal ditambah 1 ml HCl (2:1) lalu panaskan sampai kering
- Masukkan 2,5 ml HCl (2:1) dan encerkan dengan aquades hingga 50 ml --> disebut larutan A.
- Pipet 10 ml dari larutan A (ekivalen 4 g contoh) ke gelas beaker
- Tambahkan 2 ml CH_3COONa 20 % (b/v) dan encerkan dengan aquades hingga 20 ml
- Tambahkan larutan jenuh H_2S sebanyak 10 ml dan diamkan beberapa saat ---> disebut larutan B.

Bersamaan dengan pembuatan larutan B juga dibuat larutan standar pembanding C

- Panaskan 0,2 ml HCl (2 : 1) dengan cawan penguap di atas pemanas listrik hingga kering.
- Tambahkan 0,5 ml HCl (2 : 1) dan masukkan larutan standar Pb (0,01 mg Pb/ml) sebanyak 4 ml
- Tambahkan 2 ml CH_3COONa 20 % (b/v) dan encerkan dengan aquades hingga 20 ml
- Tambahkan larutan jenuh H_2S sebanyak 10 ml dan diamkan beberapa saat ----> larutan C.

Larutan B tidak lebih keruh daripada larutan C.

5.4 Besi (Fe)

5.4.1 Prinsip

Penentuan kadar besi dilakukan dengan cara pembandingan warna contoh dengan warna standar.

5.4.2 Bahan

- Larutan HCl (2 : 1)
Campurkan 100 ml HCl pekat dengan 50 ml aquades
- Larutan hidroksilamin hidroklorid 10 % (b/v)
Larutkan 5 gr Hidroksilamin hidroklorid dengan aquades hingga 50 ml
- Larutan $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 25 % (b/v)
Larutkan 12,5 gram $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ dengan aquades hingga 50 ml
- Larutan 1,10 o-fenantrolin 0,2 % (b/v)
Larutkan 0,2 gram o-fenantrolin dalam 10 ml alkohol 95 % (v/v), kemudian tambahkan aquades hingga 100 ml dan simpan dalam botol coklat.
- Larutan standar besi (0,01 mg Fe/ml)
Larutkan 7,02 gram $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan 4 ml HCl (2 : 1) dan tambahkan aquades hingga 1000 ml. Pipet 10 ml dan tambahkan 4 ml HCl (2 : 1) dan encerkan dengan aquades hingga 1000 ml.

5.4.3 Peralatan

- Neraca analitis
- Cawan penguap
- Pemanas listrik
- Labu ukur 50 ml, 100 ml, 1000 ml
- Pipet
- Gelas beaker 100 ml
- Batang pengaduk
- Tabung Nessler

5.4.4 Prosedur

- Pipet 5 ml dari larutan A di prosedur 5.3.4 (ekivalen 2 gram contoh) dan tambahkan 1 ml HCl (2 : 1)
 - Encerkan dengan aquades hingga 10 ml
 - Tambahkan 1 ml hidroksilamin hidroklorid 10 % (b/v) lalu diamkan sekitar 5 menit.
 - Tambahkan 5 ml $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 25 % (b/v) dan 2 ml 1,10 o-fenantrolin 0,2 % (b/v)
 - Encerkan dengan aquades hingga 25 ml dan biarkan pada suhu 20 - 30°C selama 15 menit.
- Bersama dengan perlakuan terhadap contoh juga dilakukan standar pembandingan.

Pengerjaan terhadap larutan standar :

- Uapkan 0,1 ml HCl (2 : 1) dengan cawan penguap hingga kering di atas pemanas listrik

- Tambahkan 1 ml HCl (2 : 1) dan larutan standar 0,01 mg Fe/ml sebanyak 1 ml
- Encerkan dengan aquades hingga 10 ml
- Tambahkan 1 ml hidrosilamin hidroklorid 10 % (b/v) lalu diamkan sekitar 5 menit.
- Tambahkan 5 ml $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 25 % (b/v) dan 2 ml o-fenantrolin 0,2 % (b/v)
- Encerkan dengan aquades hingga 25 ml dan biarkan pada suhu 20-30°C selama 15 menit

Hasil perbandingan warna contoh tidak lebih merah daripada warna standar.

5.5 Klorida

5.5.1 Prinsip

Penentuan kadar klorida dilakukan dengan cara turbidimetri, yaitu perbandingan kekeruhan contoh dengan kekeruhan standar

5.5.2 Bahan

- Larutan HNO_3 (1 : 2)
Campurkan 50 ml HNO_3 pekat dengan 100 ml aquades
- Larutan AgNO_3 2 % (b/v)
Larutkan 2 gram AgNO_3 dengan aquades hingga 100 ml
- Larutan standar klorid(0,01 mg Cl/ml)
Larutkan 1,65 gram NaCl dengan aquades hingga 1000 ml, pipet 10 ml dan encerkan lagi hingga 1000 ml dengan aquades.

5.5.3 Peralatan

- Neraca analitis
- Labu ukur 1000 ml
- Gelas beaker 100 ml
- Tabung Nessler
- Pipet seukuran 10 ml

5.5.4 Prosedur

- Timbang secara teliti dengan menggunakan neraca analitis kurang lebih 2 gram contoh lalu masukkan ke dalam gelas beaker
- Tambahkan aquades sampai 30 ml
- Tambahkan 5 ml HNO_3 (1 : 2)

- Tambahkan 1 ml AgNO_3 2 % (b/v)
- Diamkan 15 menit

Hasil perbandingan contoh tidak lebih keruh dari pada standar

5.6 Sisa Pemijaran (SO_4)

5.6.1 Prinsip

Penentuan sisa pemijaran dilakukan dengan pembakaran hingga menjadi abu.

5.6.2 Bahan

- H_2SO_4 pekat

5.6.3 Peralatan

- Neraca Analitis
- Cawan Pijar
- Pembakar bunsen

5.6.4 Prosedur

- Timbang secara teliti dengan menggu neraca analitis kurang lebih 20 gram contoh dalam cawan pijar yang kering dan beratnya sudah diketahui
- Tambahkan 1 ml H_2SO_4 pekat, lalu panaskan perlahan sampai asap putih habis. Pijarkan, dinginkan, dan timbang hingga beratnya tetap.

Berat akhir tidak lebih dari 2 mg.

5.7 Bagian yang Tidak Larut Dalam Air

5.7.1 Prinsip

Penentuan bagian yang tidak larut dalam air dilakukan dengan cara gravimetri

5.7.2 Bahan

Aquades

5.7.3 Peralatan

- Neraca analitis
- Labu isap
- Gelas beaker 250 ml
- Pompa vakum

- Saringan gelas G - 4
- Oven
- Desikator

5.7.4 Prosedur

- Timbang secara teliti dengan menggunakan neraca analitis kurang lebih 10 gram contoh lalu larutkan dalam 150 ml aquades.
- Saring dengan saringan gelas G - 4 yang telah kering dan diketahui beratnya kemudian bilas dengan aquades panas.
- Bagian yang tidak larut berikut dengan saringan dikeringkan dalam oven 150°C selama 2 jam hingga beratnya tetap.

Berat bagian yang tersisa di atas saringan tidak melebihi 1 mg.

6. SYARAT PENANDAAN

Pada karung dicetak tulisan :

- Asam Sulfamat (Sulfamic Acid)
- Berat bersih (Netto)
- Lambang dan nama produsen

7. CARA PENGEMASAN

Produk asam sulfamat dikemas dalam :

- Karung anyaman polipropilen (PP) putih, dengan lapisan dalam polietilen (PE) transparan, atau
- Kantong kertas kraft sekurang-kurangnya tiga lapis, dengan lapisan dalam PE transparan.

Pada karung dilabelkan 10 karung karung PP atau kantong kertas kraft dengan lapisan dalam PE.

Label karung harus terpeliharakan dengan baik dan tidak rusak selama penyimpanan dan pengiriman.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id